

PCT

ORGANISATION MONDIALE DE LA PROPRIÉTÉ INTELLECTUELLE  
Bureau international



DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITE DE COOPERATION EN MATIERE DE BREVETS (PCT)

<p>(51) Classification internationale des brevets <sup>5</sup> : C07C 271/16, A61K 7/025, 7/031, 7/032, 7/04, 7/06, 7/08, 7/09, 7/13, 7/32, 7/42, 7/48, 7/50 // C07C 233/18</p>	<p>A1</p>	<p>(11) Numéro de publication internationale: WO 94/24097 (43) Date de publication internationale: 27 octobre 1994 (27.10.94)</p>
<p>(21) Numéro de la demande internationale: PCT/FR94/00402 (22) Date de dépôt international: 11 avril 1994 (11.04.94) (30) Données relatives à la priorité: 93/04444 15 avril 1993 (15.04.93) FR (71) Déposant (pour tous les Etats désignés sauf US): L'OREAL [FR/FR]; 14, rue Royale, F-75008 Paris (FR). (72) Inventeurs; et (75) Inventeurs/Déposants (US seulement): MAHIEU, Claude [FR/FR]; 90, avenue de Villiers, F-75017 Paris (FR). SEMERIA, Didier [FR/FR]; 10, allée des Lavandières, F-77181 Courtry (FR). CAUWET, Danièle [FR/FR]; 53, rue de Charonne, F-75011 Paris (FR). VANLERBERGHE, Guy [FR/FR]; 40, rue du Général-de-Gaulle, Villevaudé, F-77410 Claye-Souilly (FR). (74) Mandataire: BUREAU D.A. CASALONGA JOSSE; 8, avenue Percier, F-75008 Paris (FR).</p>		<p>(81) Etats désignés: CA, JP, US, brevet européen (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE).  Publiée Avec rapport de recherche internationale.</p>
<p>(54) Title: AMINO DEOXYALDITOL LIPOPHILIC DERIVATIVES FOR USE IN COSMETICS, COSMETIC COMPOSITIONS CONTAINING SAME AND NOVEL ALKYL CARBAMATES</p>		
<p>(54) Titre: UTILISATION EN COSMETIQUE DE DERIVES LIPOPHILES DES AMINO DEOXYALDITOLS, COMPOSITIONS COSMETIQUES LES CONTENANT, ET NOUVEAUX CARBAMATES D'ALKYLE</p>		
$\text{R}^1 - \text{X} - \overset{\text{O}}{\underset{\text{R}^2}{\text{C}}} - \text{N} - \text{CH}_2 - \left( \text{CH} - \text{OH} \right)_n - \text{CH}_2 - \text{OH} \quad (\text{I})$		
<p>(57) Abstract  The invention is characterized by using in cosmetic compositions one or more amino deoxyalditol lipophilic derivatives of general formula (I) wherein R<sup>1</sup> is a saturated straight aliphatic C<sub>14</sub>-C<sub>40</sub> radical; R<sup>2</sup> is a hydrogen atom or a straight C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub> alkyl radical; X is an oxygen atom or a methylene radical; and n is an integer from 1 to 5; provided that when X is a methylene radical, R<sup>1</sup> includes from 19 to 39 carbon atoms. Application in the preparation of cosmetic compositions for the treatment of keratin substances and bucco-dental hygiene.</p>		
<p>(57) Abrégé  L'invention se caractérise par le fait qu'on utilise dans des compositions cosmétiques un ou plusieurs dérivés lipophiles des amino déoxyalditols répondant à la formule générale (I) dans laquelle R<sup>1</sup> est un radical aliphatique linéaire saturé en C<sub>14</sub>-C<sub>40</sub>; R<sup>2</sup> est un atome d'hydrogène ou un radical alkyle linéaire en C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>; X est un atome d'oxygène ou un radical méthylène; et n est un entier de 1 à 5; sous réserve que lorsque X est un radical méthylène, R<sup>1</sup> comporte de 19 à 39 atomes de carbone. Application à la préparation de compositions cosmétiques pour le traitement des matières kératiniques et l'hygiène bucco-dentaire.</p>		

# **UNIQUEMENT A TITRE D'INFORMATION**

Codes utilisés pour identifier les Etats parties au PCT, sur les pages de couverture des brochures publiant des demandes internationales en vertu du PCT.

AT	Autriche	GB	Royaume-Uni	MR	Mauritanie
AU	Australie	GE	Géorgie	MW	Malawi
BB	Barbade	GN	Guinée	NE	Niger
BE	Belgique	GR	Grèce	NL	Pays-Bas
BF	Burkina Faso	HU	Hongrie	NO	Norvège
BG	Bulgarie	IE	Irlande	NZ	Nouvelle-Zélande
BJ	Bénin	IT	Italie	PL	Pologne
BR	Bésil	JP	Japon	PT	Portugal
BY	Bélarus	KE	Kenya	RO	Roumanie
CA	Canada	KG	Kirghizistan	RU	Fédération de Russie
CF	République centrafricaine	KP	République populaire démocratique de Corée	SD	Soudan
CG	Congo	KR	République de Corée	SE	Suède
CH	Suisse	KZ	Kazakhstan	SI	Slovénie
CI	Côte d'Ivoire	LI	Liechtenstein	SK	Slovaquie
CM	Cameroun	LK	Sri Lanka	SN	Sénégal
CN	Chine	LU	Luxembourg	TD	Tchad
CS	Tchécoslovaquie	LV	Lettonie	TG	Togo
CZ	République tchèque	MC	Monaco	TJ	Tadjikistan
DE	Allemagne	MD	République de Moldova	TT	Trinité-et-Tobago
DK	Danemark	MG	Madagascar	UA	Ukraine
ES	Espagne	ML	Mali	US	Etats-Unis d'Amérique
FI	Finlande	MN	Mongolie	UZ	Ouzbékistan
FR	France			VN	Viet Nam
GA	Gabon				

*Utilisation en cosmétique de dérivés lipophiles des amino déoxyalditols, compositions cosmétiques les contenant , et nouveaux carbamates d'alkyle.*

5 La présente invention a pour objet l'utilisation en cosmétique de dérivés lipophiles d'amino déoxyalditols, et les compositions cosmétiques contenant un ou plusieurs de ces dérivés.

10 Il est connu que les poils des mammifères contiennent un certain nombre de composés lipidiques dont la structure et la répartition ne sont pas encore parfaitement définies. A côté des lipides apolaires sécrétés par les glandes sébacées et longtemps considérés comme étant les seuls présents sur les poils, la présence d'autres lipides polaires a été mise en évidence; parmi ceux-ci le sulfate de cholestérol, des acides gras et des alcools gras. Ces composés polaires ont longtemps  
15 échappé aux investigations des chercheurs, probablement du fait de leur très faible solubilité dans les solvants d'extraction usuels à base de chloroforme, méthanol et hexane. Leur extraction est si difficile que certains soupçonnent même (pour certains d'entre eux), leur liaison covalente avec les surfaces des cellules (P.W. WERTZ. Lipids  
20 23 n° 9 (1988) 878-881).

Chez l'homme, les lavages fréquents, l'usure, les agressions climatiques et certains traitements cosmétiques auxquels sont soumis les cheveux, les cils, la barbe, sont responsables de la diminution des propriétés esthétiques des poils en général.

25 Il est donc apparu nécessaire dans le domaine cosmétique et en particulier pour des compositions de traitement des cheveux de réparer les dommages subis par un apport de produits lipidiques polaires qui, du fait de leur très faible solubilité dans l'eau, ne seront pas éliminés lors des lavages, d'autant plus que leur forte polarité permettra leur  
30 association à la structure même du cheveu, ce qui ne peut être le cas avec les composés peu ou pas polaires de type cireux souvent préconisés pour améliorer l'état du cheveu.

Certains composés obtenus par extraction à partir de tissus animaux ou végétaux ont déjà été préconisés pour ce type  
35 d'application. En particulier des produits tels les céramides ont été

décrits dans le document EP-A-278 505. Cependant, la difficulté à les obtenir en quantité industrielle à un taux de pureté suffisant rend l'utilisation de ces composés peu attractive.

Le document WO 92/05764 décrit des compositions pour  
5 shampooing contenant au moins 1 % en poids d'un agent tensio-actif  
choisi parmi les amides d'acides gras polyhydroxylés répondant à la  
formule :



10

dans laquelle  $\text{R}^1$  représente l'hydrogène, un radical hydrocarbyle en  $\text{C}_1\text{-C}_4$ , le 2-hydroxyéthyle, le 2-hydroxypropyle, ou leurs mélanges, et de préférence le radical méthyle;  $\text{R}^2$  est un reste hydrocarbyle en  $\text{C}_5\text{-C}_{31}$ , de préférence un alkyle ou alcényle à chaîne droite en  $\text{C}_7\text{-C}_{19}$ ,  
15 mieux un alkyle ou alcényle à chaîne droite en  $\text{C}_9\text{-C}_{17}$ , et tout particulièrement un alkyle ou alcényle à chaîne droite en  $\text{C}_{11}\text{-C}_{15}$ , ou leurs mélanges; et Z est un reste polyhydroxycarbyle ayant une chaîne linéaire hydrocarbyle avec au moins 3 hydroxyles liés à la chaîne, ou un dérivé alcoxylé (de préférence éthoxylé ou propoxylé) de celui-ci.  
20 Les amides d'acides gras polyhydroxylés, utilisés comme agents tensio-actifs dans les compositions pour shampooing du document WO 92/05764, du fait de leurs propriétés détergentes, doivent avoir une solubilité acceptable dans l'eau, et par conséquent il est recommandé d'utiliser des amides d'acides gras polyhydroxylés ayant des  
25 substituants  $\text{R}^2$  en  $\text{C}_{12}\text{-C}_{18}$ , qui fournissent des matériaux ayant le meilleur compromis entre la facilité de fabrication, la solubilité dans l'eau et l'activité détergente.

Il est donc apparu nécessaire de rechercher des composés synthétiques parfaitement définis qui soient solides aux températures  
30 d'utilisation afin de restructurer les poils sans leur apporter un aspect huileux indésirables et qui de plus soient insolubles dans l'eau seule mais peuvent être déposés sur les cheveux à partir d'une formule essentiellement aqueuse. Ces composés devront apporter après dépôt d'excellentes propriétés au cheveu, telles que démêlage, brillance,  
35 nervosité et toucher agréable.

La demanderesse a trouvé que des composés répondant particulièrement bien à l'ensemble des critères ci-dessus étaient des dérivés lipophiles des amino déoxyalditols et plus particulièrement des composés non ioniques de type polyols linéaires associés à une longue chaîne grasse, les deux séquences de ces composés amphiphiles étant liées par des fonctions elles-mêmes fortement polaires, de type amide ou carbamate.

De plus, ces composés se sont avérés intéressants dans la formulation de compositions pour l'hygiène corporelle et bucco-dentaire.

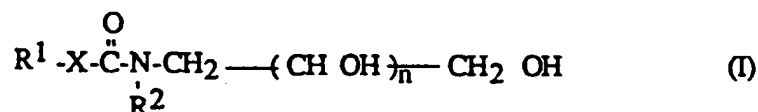
Un objet de la présente invention est par conséquent l'utilisation des dérivés ci-dessus dans des compositions cosmétiques.

L'invention a également pour objet les compositions cosmétiques contenant de tels composés, ainsi que leur application pour le traitement des matières kératiniques telles que la peau ou les cheveux, et l'hygiène bucco-dentaire.

L'invention a aussi pour objet de nouveaux dérivés lipophiles d'amino déoxyalditols de type carbamate utilisables dans les compositions selon l'invention.

D'autres objets de l'invention apparaîtront à la lecture de la description et des exemples qui suivent.

Les dérivés lipophiles d'amino déoxyalditols utilisés conformément à l'invention dans des compositions cosmétiques, en particulier pour le traitement de la peau, des cheveux ou l'hygiène bucco-dentaire, sont caractérisés par le fait qu'ils répondent à la formule générale :



dans laquelle  $\text{R}^1$  est un radical aliphatique linéaire saturé en  $\text{C}_{14}$ - $\text{C}_{40}$ ;

$\text{R}^2$  est un atome d'hydrogène ou un radical alkyle linéaire en  $\text{C}_1$ - $\text{C}_6$ ;

X est un atome d'oxygène ou un radical méthylène; et

n est un entier de 1 à 5, sous réserve que lorsque X est un radical

méthylène,  $R^1$  est un radical aliphatique linéaire saturé en  $C_{19}-C_{39}$ .

Certains des composés répondant à la formule générale (I) ci-dessus sont connus. En particulier, US-A-1 985 424 et 2 703 798 décrivent des amides répondant à cette formule générale. Toutefois les  
5 seuls composés décrits correspondent à des chaînes lipophiles courtes ou moyennes limitées à 18 atomes de carbone.

US-A-2 040 997 décrit des carbamates répondant à la formule (I) ci-dessus. Ces carbamates répondent à la formule générale



dans laquelle R est un radical aliphatique à substitutions polyhydroxy, X est un atome d'hydrogène ou un radical alkyle et A est un radical hydrocarboné aliphatique ayant 8 ou plus atomes de carbone. De  
15 préférence A représente un groupe alkyle à chaîne droite ayant 10 à 20 atomes de carbone. Les carbamates utilisés comme intermédiaires de synthèse ne sont illustrés que par le seul composé dodécyle.

Dans la formule (I) ci-dessus, et lorsque X représente un atome d'oxygène,  $R^1$  représente un radical aliphatique linéaire saturé en  $C_{14}-C_{40}$ , de préférence en  $C_{14}-C_{32}$  et mieux encore en  $C_{16}-C_{22}$ . Lorsque X  
20 représente un radical méthylène,  $R^1$  représente un radical aliphatique linéaire saturé en  $C_{19}-C_{39}$ , de préférence  $C_{21}-C_{29}$ ;  $R^2$  représente un atome d'hydrogène ou un radical alkyle linéaire de  $C_1$  à  $C_6$ , de préférence méthyle; et n est un nombre entier de 1 à 5 et de  
25 préférence égal à 4.

Parmi, les dérivés de formule (I) recommandés on peut citer le 1-[docosanoyl-méthyl-amino]-1-déoxy-D-glucitol,  
le [hexadécyloxy-carbonyl-méthyl-amino]-1-déoxy-D-glucitol,  
le 1-[octadécyloxy-carbonyl-méthyl-amino]-1-déoxy-D-glucitol,  
30 le 1-[docosyloxy carbonyl-méthyl-amino]-1-déoxy-D-glucitol, et le 1-[tétracosanoyl-méthyl-amino]-1-déoxy-D-glucitol.

On peut citer encore les amides dérivés de mélanges d'acides gras ou les carbamates dérivés de mélange d'alcools gras; les acides ou  
35 alcools gras pouvant être obtenus par synthèse ou par extraction à partir de cires naturelles, végétales ou animales.

A titre d'exemple, l'octacosanol extrait des germes de riz ou de blé et vendu par la société NIPPON OILS est un mélange d'alcools en C<sub>26</sub>-C<sub>36</sub>. Des mélanges d'acides riches en C<sub>22</sub> et C<sub>24</sub> peuvent être obtenus à partir, entre autre, des cires de riz, de carnauba ou d'abeilles.

5 Les procédés de préparation des dérivés de formule (I) ci-dessus sont bien connus de l'homme de métier. On peut, par exemple, préparer les amides répondant à la formule (I) par la méthode décrite par E.K Hildreth, Biochem J. 207 (1982) 363.

10 Selon cette méthode, on prépare dans une première phase un anhydride mixte en faisant réagir un acide de formule R<sup>1</sup>COOH, où R<sup>1</sup> est défini comme précédemment, avec un halogéno formiate d'alkyle inférieur, de préférence d'éthyle, dans un solvant convenable en présence d'une base, par exemple de la pyridine, pour former une solution d'anhydride mixte.

15 Dans une deuxième phase on fait réagir la solution d'anhydride mixte obtenue avec une N-alkylamine de formule :



20 où R<sup>2</sup> et n sont définis comme précédemment, dans un solvant approprié, par exemple des alcanols, comme le méthanol, l'éthanol, ou encore le diméthylformamide.

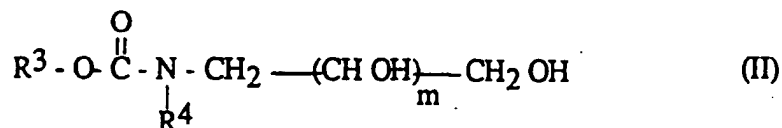
On peut préparer les carbamates répondant à la formule (I) en faisant réagir une amine de formule

25



30 où R<sup>2</sup> et n sont définis comme précédemment avec un halogénoformiate d'alkyle en C<sub>14</sub>-C<sub>40</sub>, convenable, par exemple un chloroformiate, en présence d'hydrogénocarbonate de sodium, d'eau et d'un solvant convenable, par exemple le tétrahydrofurane.

La présente invention concerne également de nouveaux carbamates entrant dans le cadre de la formule générale (I) ci-dessus. Plus particulièrement, ces nouveaux carbamates répondent à la formule  
35 générale (II)



5 dans laquelle  $\text{R}^3$  est un radical aliphatique linéaire saturé en  $\text{C}_{22}$ - $\text{C}_{40}$ , de préférence en  $\text{C}_{22}$ - $\text{C}_{26}$ ,  $\text{R}^4$  est un atome d'hydrogène ou un radical alkyle linéaire en  $\text{C}_1$ - $\text{C}_6$  et  $m$  est un entier de 1 à 5, de préférence égal à 4.

De préférence  $\text{R}^3$  est le radical docosyle et  $\text{R}^4$  est un radical méthyle.

10 Les compositions cosmétiques, en particulier les compositions pour le traitement des cheveux, de la peau, et pour l'hygiène bucco-dentaire conformes à l'invention sont caractérisées par le fait qu'elles contiennent au moins un dérivé répondant à la formule (I) ci-dessus dans un support cosmétiquement acceptable.

15 Lorsque les compositions selon l'invention sont utilisées pour le traitement des cheveux, on constate une amélioration du démêlage des cheveux mouillés et un apport de lissage et de douceur sur cheveux séchés.

20 Généralement, le ou les composés de formule (I) sont présents dans la composition en une concentration comprise entre 0,01 et 15% en poids par rapport au poids total de la composition et de préférence en une concentration de 0,1 à 10% en poids par rapport au poids total de la composition.

25 Le support cosmétiquement acceptable peut être constitué par une phase grasse ou par un milieu aqueux constitué uniquement par de l'eau ou par un mélange d'eau et d'un solvant cosmétiquement acceptable tel qu'un alcool inférieur en  $\text{C}_1$ - $\text{C}_4$  comme l'éthanol, l'isopropanol, le n-butanol; les alkylèneglycols, comme l'éthylèneglycol; les éthers de glycols.

30 Les compositions selon l'invention peuvent se présenter sous forme d'émulsion (lait, crème ou pommade), de dispersion vésiculaire, de stick solide, de solution ou de dispersions aqueuses éventuellement épaissies ou gélifiées, de spray ou de mousses aérosol.

35 Les compositions peuvent contenir en outre des agents tensio-actifs bien connus dans l'état de la technique tels que des agents



tensio-actifs anioniques, non-ioniques, cationiques, amphotères ou zwitterioniques ou leurs mélanges.

5 Les compositions sont par exemple des lotions, des laits ou des crèmes émoullients, des laits ou des crèmes pour les soins de la peau ou des cheveux, des crèmes, des lotions ou des laits démaquillants, des bases de fond de teint, des lotions, des laits ou des crèmes antisolaires, des lotions, des laits ou des crèmes de bronzage artificiel, des crèmes ou des mousses de rasage, des lotions après rasage, des shampooings, des après shampooings ou des mascaras.

10 Ces compositions peuvent également se présenter sous la forme de bâtons pour les lèvres destinés soit à les colorer, soit à éviter les gerçures, ou de produits de maquillage pour les yeux ou de fards et fonds de teint pour le visage.

15 Lorsque les compositions selon l'invention se présentent sous forme d'émulsions du type eau-dans-huile ou huile-dans l'eau, la phase grasse est essentiellement constituée d'un mélange de composé de formule (I) avec au moins une huile, et éventuellement un autre corps gras.

20 La phase grasse des émulsions peut constituer 5 à 60 % du poids total de l'émulsion.

La phase aqueuse desdites émulsions constitue de préférence 30 à 85 % du poids total de l'émulsion.

La proportion de l'agent émulsionnant peut être comprise entre 1 et 20 %, et de préférence entre 2 et 12 % du poids total de l'émulsion.

25 Lorsque les compositions selon l'invention se présentent sous forme de lotions huileuses, oléocalcooliques ou hydroalcooliques, elles peuvent constituer, par exemple, des lotions antisolaires contenant un filtre absorbant les rayons UV, des solutions adoucissantes pour la peau; les lotions huileuses peuvent en outre constituer des huiles moussantes contenant un tensio-actif oléosoluble, des huiles pour le bain, etc.

30 Parmi les principaux adjuvants pouvant être présents dans les compositions selon l'invention, on peut citer les corps gras tels que les huiles ou les cires minérales, animales ou végétales, les acides gras, les esters d'acides gras tels que les triglycérides d'acides gras ayant de

35

6 à 18 atomes de carbone, les alcools gras; les émulsionnants comme les alcools gras oxyéthylénés ou les alcoyléthers de polyglycérol, les solvants tels que les monoalcools ou polyalcools inférieurs contenant de 1 à 6 atomes de carbone ou encore l'eau.

5 Les mono- ou polyalcools plus particulièrement préférés sont choisis parmi l'éthanol, l'isopropanol, le propylèneglycol, le glycérol et le sorbitol.

A titre de corps gras, parmi les huiles minérales, on peut citer l'huile de vaseline; parmi les huiles animales, les huiles de baleine, de phoque, de menhaden, de foie de flétan, de morue, de thon, de tortue, 10 de pied de boeuf, de pied de cheval, de pied de mouton, de vison, de loutre, de marmotte, etc.; parmi les huiles végétales, les huiles d'amande, de germe de blé, d'olive, de germe de maïs, de jojoba, de sésame, de tournesol, de palme, de noix, de karité, de shoréa, de 15 macadamia, de pépins de cassis et similaires.

Parmi les esters d'acides gras, on peut utiliser des esters d'acides en  $C_{12}$  à  $C_{22}$  saturés ou insaturés et d'alcools inférieurs comme l'isopropanol ou le glycérol ou d'alcools gras en  $C_8$  à  $C_{22}$ , linéaires ou ramifiés, saturés ou insaturés ou encore d'alcanediols-1,2 en  $C_{10}$ - $C_{22}$ .

20 On peut également citer comme corps gras, la vaseline, la paraffine, la lanoline, la lanoline hydrogénée, le suif, la lanoline acétylée, les huiles de silicone.

Parmi les cires, on peut citer la cire de Sipol, la cire de lanoline, la cire d'abeille, la cire de Candelila, la cire microcristalline, la cire 25 de Carnauba, le spermaceti, le beurre de cacao, le beurre de Karité, les cires de silicone, les huiles hydrogénées concrètes à 25°C, les sucroglycérides, les oléates, myristates, linoléates et stéarates de Ca, Mg et Al.

30 Parmi les alcools gras, on peut citer les alcools laurique, cétylique, myristique, stéarique, palmitique, oléique et les alcools de GUERBET comme le 2-octyldodécanol, le 2-décyltétradécanol ou le 2-hexyldécanol.

A titre d'émulsionnants, parmi les alcools gras polyoxyéthylénés, on peut citer les alcools laurique, cétylique, stéarylique et oléique 35 comportant de 2 à 20 moles d'oxyde d'éthylène et parmi les

alcoyléthers de polyglycérol, les alcools en C<sub>12</sub>-C<sub>18</sub> comportant de 2 à 10 moles de glycérol.

Il peut aussi être utile d'utiliser des épaississants tels que les dérivés de cellulose, les dérivés d'acide polyacrylique, les gommes de guar ou de caroube ou la gomme de xanthane.

Les compositions conformes à l'invention peuvent se présenter sous forme de dispersion vésiculaire de lipides amphiphiles ioniques ou non-ioniques. Elles sont préparées notamment en faisant gonfler les lipides dans une solution aqueuse pour former des sphérules dispersées dans le milieu aqueux comme décrit dans l'article BANGHAM, STANDISH & WATKINS, J. Mol. Biol., 13,238 (1965) ou dans les brevets FR-2.315.991 et 2.416.008 de la demanderesse.

Les différents types de procédés de préparation sont décrits dans "Les liposomes en biologie cellulaire et pharmacologie", Edition INSERM/John Liberry Eurotext, 1987, pages 6 à 18.

La composition selon l'invention peut également contenir des adjuvants habituellement utilisés en cosmétique et notamment des produits hydratants, des adoucissants, des produits pour le traitement d'affections cutanées, des filtres solaires, des germicides, des colorants, des conservateurs, des parfums et des propulseurs, des agents séquestrants.

Les exemples suivants sont destinés à illustrer l'invention sans pour autant présenter un caractère limitatif.

## EXEMPLES DE PREPARATION

## Exemple 1

## Préparation du

5 1-[docosanoyl-méthyl-amino]-1-déoxy-D-glucitol

Phase A: Préparation de l'anhydride mixte

10 Dans un réacteur, on introduit 140 ml de tétrahydrofurane et 23,4 g de chloroformiate d'éthyle, on ajoute régulièrement à 40°C une solution de 70 g d'acide béhenique vendu sous la dénomination "PRIFRAC 2989" par la société UNICHEMA en solution dans 140 ml de tétrahydrofurane puis on neutralise par 21,8 g de triéthylamine et on filtre la solution qui sera utilisée telle quelle à la phase B.

15

Phase B:

20 Dans un réacteur, on dissout, à 60°C, 40,1 g de N-méthylglucamine dans 400 ml de diméthylformamide puis on ajoute lentement l'anhydride mixte obtenu à la phase A et on poursuit la réaction à 60°C pendant 3 heures.

25 En fin de réaction, on dilue le mélange réactionnel par 400 ml d'eau et on refroidit à 40°C. Le produit cristallisé, essoré, est recristallisé dans 1 l d'éthanol à 95°. On obtient 94,6 g d'un produit blanc, soit un rendement final de 88 %.

30

35

**ANALYSES****Analyse élémentaire :**

5		% C	%H	%N	%O
	Théorique	67,27	11,49	2,71	18,54
10	Trouvé	67,44	11,36	2,75	18,43

Point de fusion : 114°C

**Exemple 2**

15 **Préparation du**  
**1-[hexadécyloxycarbonyl-méthyl-amino]-1-déoxy-D-glucitol**

20 Dans un réacteur, on dissout 11,7 g de N-méthylglucamine dans un mélange de 30 ml d'eau et de 40 ml de tétrahydrofurane, puis on ajoute et disperse 20 g d'hydrogénocarbonate de sodium.

25 En maintenant la température du mélange réactionnel à 20°C, on ajoute goutte à goutte 18,3 g de chloroformiate d'hexadécyle commercialisé par la S.N.P.E., puis on laisse pendant deux heures en réaction et on dilue avec 100 ml de tétrahydrofurane.

30 On filtre le mélange réactionnel ; le produit solide récupéré est solubilisé dans 500 ml d'acétone ; la fraction insoluble est éliminée par filtration à chaud.

Après refroidissement à 1°C pendant 12 heures, le produit cristallisé est récupéré et séché. On obtient 15,5 g d'un produit pur blanc, soit un rendement final de 56 %.

35

**ANALYSES:****Analyse élémentaire**

5		% C	%H	%N	%O
	Théorique	62,17	10,65	3,02	24,16
10	Trouvé	62,13	10,67	3,13	24,16

Point de fusion : 80°C

15

**Exemple 3**

Préparation du

**1-[octadécyloxy-carbonyl-méthyl-amino]-1-déoxy-glucitol**

20

On répète le mode opératoire de l'exemple 2 en remplaçant le chloroformiate d'hexadécyle par du chloroformiate d'octadécyle. Le produit attendu obtenu est blanc et le rendement final est de 66 %.

25

**ANALYSES****Analyse élémentaire**

30

	% C	%H	%N	%O
Théorique	63,51	10,86	2,85	22,78
Trouvé	63,57	10,94	2,94	22,88

35

Point de fusion : 85°C

**Exemple 4****Préparation du****1-[docosyl-oxycarbonyl-méthyl-amino]-1-déoxy-D-glucitol**

5 Dans un réacteur, on dissout 70,2 g de N-méthyl glucamine dans un mélange de 180 ml d'eau et 240 ml de tétrahydrofurane puis on ajoute et disperse 12 g d'hydrogencarbonate de sodium.

10 En maintenant la température du mélange réactionnel à 5°C, on ajoute goutte à goutte pendant deux heures 140,1 g de chloroformiate de docosyle, en solution dans 100 ml de tétrahydrofurane; le mélange réactionnel est encore dilué par 1 l de tétrahydrofurane et laissé deux heures en réaction.

15 On filtre le mélange réactionnel; après décantation, on recueille la phase organique et on concentre puis recristallise le résidu dans un litre d'un mélange de 8 volumes d'acétone et 2 volumes de méthanol. On obtient 70 g d'un produit pur blanc, soit un rendement final de 36%.

20

**ANALYSES****Analyse élémentaire**

25

	%C	%H	%N
Théorique	63,71	10,93	3,23
Trouvé	63,83	10,91	3,22

30

Point de fusion : 94,6°C.

35

**EXEMPLE 5**

Préparation du

**1-[Docosanoylamino]-1-déoxy-D-glucitol**

- 5 On répète le mode opératoire de l'exemple 1 en remplaçant la N-méthyl glucamine par 37,2 g de glucamine, on obtient 59 g du produit attendu, (R = 57 %), par recristallisation dans le propanol.

**ANALYSE ELEMENTAIRE :**

10

	% C	% H	% N	% O
Théorique	66,76	11,4	2,78	19,06
15 Trouvé	66,7	11,4	2,58	18,92

Point de fusion : 136°C

20

Les exemples suivant sont destinés à illustrer les formulations cosmétiques, selon la présente invention.

25

30

35



**EXEMPLE 6**

Préparation du

**1-[tétracosanoyl-méthyl-amino]-1-déoxy-D-glucitol****Phase A : préparation de l'anhydride mixte**

Dans un réacteur, on introduit 1,55 g de chloroformiate d'éthyle en solution dans 10 ml de tétrahydrofurane.

A 0°C, on introduit lentement une solution de 5 g d'acide tétracosanoïque vendu sous la dénomination "NAFOL 24/26 Acid" par la Société CONDEA et de composition :

C<sub>20</sub> : 5 %,C<sub>22</sub> : 5 %,C<sub>24</sub> : 60 %,C<sub>26</sub> : 22 %,C<sub>28</sub> : 4 %,

dans 50 ml de tétrahydrofurane préalablement salifié par 1,44 g de triéthylamine. On laisse réagir pendant 2 heures, puis on filtre la solution qui sera utilisée telle qu'elle à la phase B.

**Phase B :**

Dans un réacteur, on dissout, à 80° C, 2,6 g de N-méthyl glucamine dans 50 ml de diméthylformamide et on maintient la température à 60°C ; on ajoute ensuite lentement, l'anhydride mixte obtenu à la phase A et on poursuit la réaction à 60°C pendant 3 heures.

On refroidit à 4°C et on laisse cristalliser pendant 1 heure; après filtration, le solide est recristallisé dans du méthanol.

On obtient ainsi 3,2 g du produit attendu (R = 43 %)

**ANALYSE ELEMENTAIRE:**

	% C	% H	% N	% O
Théorique	68,21	11,63	2,57	17,59
Trouvé	68,28	11,69	2,45	17,59

Point de fusion : 102°C

Le spectre de masse est conforme à la structure attendue.

**Exemple A: Shampoing**

5	- Composé de l'exemple 1	5 g
	- Alkyl (C <sub>9</sub> /C <sub>10</sub> /C <sub>11</sub> - 20/40/40) polyglucoside (1,4) vendu par la Société HENKEL à 500g % en matière active	15 g MA
10	- Conservateur	q.s.
	- Parfum	q.s.
	- Colorant	q.s.
15	- Eau	q.s.p. 100 g

pH ajusté à 7 avec de l'acide chlorhydrique

20

On obtient un liquide laiteux épaissi.

25

**EXEMPLE B : Shampooin**

5	- Composé de l'exemple 1	0,1 g
	- Lauryléthersulfate de sodium ( $C_{12}/C_{14}$ - 70/30) 2,2 moles OE vendu sous la dénomination "EMPICOL ESB/3 FL" par la Société	
	MARCHON à 28 % en matière active	15 g MA
10	- Cocoylbétaïne en solution aqueuse à 32 %	2,5 g MA
	- Monoisopropanolamide d'acide de coprah vendu sous la dénomination "EMPILAN CIS" par la Société MARCHON	1 g
15	- Ether de cétyle et d'hydroxy 2 cétyle-stéaryle/alcool cétylique	2,5 g
	- Parfum	q.s.
20	- Conservateur	q.s.
	- Colorants	q.s.
	- Eau	q.s.p. 100 g
25		
	pH ajusté à 6,7 avec de la triéthanolamine.	
30	On obtient un liquide laiteux épaissi.	

**EXEMPLE C : Shampoing**

5	- Composé de l'exemple 1	1,5 g
	- Dodécanediol polyglycérolé à 3,5 moles de glycérol	10 g MA
10	- Ethers d'hexadécanediol (3 moles) et de polyéthylène glycol (60 OE)	2,5 g
	- Conservateurs	q.s.
	- Parfum	q.s.
15	- Colorants	q.s.
	- Eau	q.s.p. 100 g
20	pH ajusté à 7,6 avec de la triéthanolamine	
25	On obtient un liquide épais translucide	

**EXEMPLE D : Gel douche**

	- Composé de l'exemple 1	0,5 g
5	- Acide lauryl (C <sub>12</sub> /C <sub>14</sub> - 70/30) éthercarboxylique 4,5 OE vendu sous la dénomination "AKYPO RLM 45" à 90 g % de matière active par la Société RIOIN	10 g MA
10	-Cocoamido éthyl (N-hydroxyéthyl, N-carboxyméthyl)glycinate de sodium	5 g MA
	- Lauroyl sarcosinate de sodium vendu sous la dénomination "ORAMIX L 30" par la Société SEPPIC à 30 g % MA	8 g MA
15	- Di-oléate de polyéthylène glycol (55OE) et de propylène glycol/ eau (40/40/20) vendu sous la dénomination "ANTIL 141" liquide par la Société GOLDSCHMIDT à 40 g % MA	2 g MA
20	- Conservateur	q.s.
	- Parfum	q.s.
	- Colorant	q.s.
25	- Eau	q.s.p. 100 g

pH ajusté à 7,5 par de l'acide chlorhydrique.

On obtient un gel fluide limpide.

**EXEMPLE E : Après-shampooing**

5	- Composé de l'exemple 1	2 g
	- Chlorure de distéaryl diméthyl ammonium	2 g
	- Hydroxyéthylcellulose vendu sous la dénomination de "NATROSOL 250 HHR" par la Société AQUALON	1 g
10	- Conservateur	q.s.
	- Parfum	q.s.
15	- Colorant	q.s.
	- Eau	q.s.p. 100 g
20	pH ajusté à 4,5 par de la triéthanolamine.	

On obtient un gel fluide blanc.

**EXEMPLE F : Après-shampooing**

5	- Composé de l'exemple 1	10 g
	- Chlorure de distéaryl diméthylammonium	5 g
	- Mélange d'alcools cétylstéarylique et de cétylstéarylique oxyéthyléné à 33 OE (80/20)	3 g
10	- Alcool cétylique	1 g
	- Alcool stéarylique	1 g
15	- Conservateur	q.s.
	- Parfum	q.s.
	- Colorant	q.s.
20	- Eau	q.s.p. 100 g

pH ajusté à 4 par de la triéthanolamine.

25

On obtient une crème épaisse blanche.

30

**EXEMPLE G: Emulsion Huile-dans eau - Soin après soleil**

	- 1-[docosanoyl-méthyl-amino]-1-déoxy-D-glucitol (composé de l'exemple 1)	0,5 g
5	- Glycérine	3 g
	- Hydroxyde de sodium	0,24 g
	- Alcool cétylique	2,5 g
10	- Acide éthylène diamine tétracétique (EDTA)	0,1 g
	- Alcool stéarylique	1 g
	- Sorbitol	3 g
	- Huile de tournesol	6 g
15	- Monolaurate de sorbitane polyoxyéthyléné à 20 moles d'oxyde d'éthylène vendu sous la dénomination "TWEEN 20" par la Société ICI	2 g
	- Acide polyacrylique réticulé vendu sous la dénomination "CARBOPOL 941" par la Société GOODRICH	0,3 g
20	Extrait huileux de jaune d'oeuf	2 g
	- Huile de silicone vendu sous la dénomination "SILBIONE ANTIMOUSSE 70 452" par la Société RHONE POULENC	0,15 g
25	- Cire d'abeille	1 g
	- Farine d'avoine	0,5 g
	- Beurre de karité	1,5 g
	- Conservateurs, antioxydant, parfum	q.s.
30	- Eau	q.s.p. 100 g



L'émulsion est réalisée selon le mode opératoire suivant :

- 1) Faire gonfler le "CARBOPOL 941" avec la glycérine dans une partie d'eau, neutraliser à pH 7 avec la soude, à 60°C sous agitation (Phase 1)
- 2) Ajouter dans la phase 1, les émulsionnants TWEEN 20 et extrait huileux de jaune d'oeuf, la farine d'avoine (Phase 2)
- 3) Dissoudre l'EDTA dans une partie d'eau à 60°C.
- 4) Ajouter le sorbitol, le beurre de karité et la cire d'abeille et l'huile de silicone, sous agitation à 60°C.
- 5) On laisse agiter 30 minutes (Phase 3)
- 6) Ajouter la phase 2 à la phase 3 à 60°C, sous agitation (Phase 4)
- 7) Faire fondre à 70°C l'huile de tournesol, les co-émulsionnants alcool cétylique, alcool stéarylique, les conservateurs de la phase grasse et composé de l'exemple 1 (Phase 5).
- 8) Sous agitation, mélanger les phases 4 et 5.
- 9) Laisser refroidir jusqu'à 40°C
- 10) Ajouter les conservateurs de la phase aqueuse et le parfum.
- 11) Continuer l'agitation jusqu'à complet refroidissement.

**EXEMPLE H : Coloration directe**

	- Composé de l'exemple 2	0,1 g
	- Monométhyléther de propylène glycol	10 g
5	- Nonylphénol oxyéthyléné (9 OE) commercialisé sous la dénomination "RHODIASURF NP 9 OR" par la Société RHONE POULENC	8 g
10	- Diéthanolamide de coprah a été vendu sous la dénomination "COMPERLAN KD" par la société HENKEL	2 g
	- N1, N4, N4-tris( $\beta$ -hydroxyéthyl) 1,4-diamino 2-nitrobenzène	0,5 g
	- 1-amino-2-nitro-4-B-hydroxyéthylamino-benzène	0,05 g
15	- Agent de pH	q.s.p. pH 9
	- Eau déminéralisée	q.s.p. 100 g

**Mode d'application :**

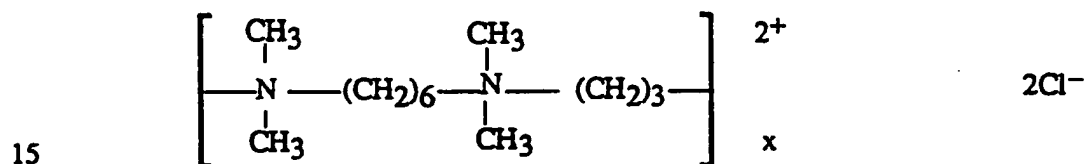
20 Les mèches de cheveux gris à 90 % de blancs, permanents, sont immergées dans la composition colorante, à raison de 20 g de formule pour 3 g de cheveux. On laisse agir 30 minutes. Les cheveux sont  
25 ensuite rincés et séchés. Les cheveux sont colorés en violet.

30

35

**EXEMPLE I : Coloration d'oxydation alcaline - support crème**

- Composé de l'exemple 1 0,3 g
- Alcool cétylstéarylique (C<sub>16</sub>/C<sub>18</sub> 50/50) vendu sous la dénomination CIRE DE LANETTE O par la Société HENKEL 18 g
- 2-octyl dodécanol 3 g
- Alcool cétylstéarylique (C<sub>16</sub>/C<sub>18</sub> 35/65) oxyéthyléné (15 OE) vendu sous la dénomination "MERGITAL CS 15" par la Société SINNOVA-HENKEL 3 g
- Laurylsulfate d'ammonium à 30 % MA 12 g en l'état
- Polymère de formule



en solution aqueuse à 60 % de matière active vendu sous la dénomination "MEXOMER PO" par la Société CHIMEX

- 3 g tel que
- Thiolactate d'ammonium (à 50 % en équivalent d'acide thiolactique) 0,8 g
- Ammoniaque à 20 % de NH<sub>3</sub> 12 g
- Paraaminophénol 0,436 g
- 1-méthyl-2-hydroxy-4-β-hydroxyéthylaminobenzène 0,668 g
- Eau déminéralisée q.s.p. 100 g

**Mode d'application**

La composition obtenue est diluée extemporanément avec 1,5 fois son poids d'eau oxygénée à 20 volumes, dont le pH est 3.

Le mélange ainsi réalisé est appliqué sur des cheveux gris à 90 % de blancs, permanentés ou non, à raison de 28 g pour 3 g de cheveux. On laisse agir 30 minutes.

Les cheveux sont ensuite rincés, lavés avec un shampoing et rincés. Les cheveux sont colorés en cuivré ou en cuivré intense suivant qu'il s'agit respectivement de cheveux naturels ou permanentés.

**EXEMPLE I:** Emulsion huile-dans-eau antisolaire

5	- Composé de l'exemple 2		2 g
	- Acide stéarique		2 g
	- Alcool stéarylique		1 g
	- Huile de vaseline		10 g
	- Paraméthoxy cinnamate de 2-éthylhexyle vendu sous la dénomination "PARSOL MCX" par la Société GIVAUDAN		5 g
10	- Glycérine		3 g
	- Sorbitol		2 g
	- Copolymère réticulé acide acrylique/acrylate d'alkyle C <sub>10</sub> -C <sub>30</sub> vendu sous la dénomination "PEMULEN TR-1" par la Société GOODRICH		0,3 g
	- Triéthanolamine		0,4 g
	- Conservateurs	q.s.	
15	- Eau	q.s.p.	100 g

**EXEMPLE K:** Emulsion huile-dans-eau antisolaire

20	- Composé de l'exemple 4		2 g
	- Acide stéarique		2 g
	- Alcool stéarylique		1 g
	- Huile de vaseline		12,5 g
	- Paraméthoxycinnamate de 2-éthylhexyle vendu sous la dénomination "PARSOL MCX" par la Société GIVAUDAN		2,5 g
25	- Glycérine		3 g
	- Copolymère réticulé acide acrylique/acrylate d'éthyle C <sub>10</sub> -C <sub>30</sub> vendu sous la dénomination "PEMULEN TR-1" par la Société GOODRICH		0,3 g
	- Triéthanolamine		0,4 g
	- Conservateurs	q.s.	
	- Eau	q.s.p.	100 g

**EXEMPLE L**: Après-shampooing

	- Composé de l'exemple 6		0,3 g
	- Chlorure de distéaryldiméthyl ammonium		2 g
5	- Parfum - colorant	q.s.	
	- Eau	q.s.p.	100 g

pH ajusté à 5 par la soude

10 **EXEMPLE M**: Shampooing

	- Composé de l'exemple 4		3 g
	- Alkyl (C <sub>9</sub> /C <sub>10</sub> /C <sub>11</sub> - 20/40/40)polyglucoside (1.4) vendu par la Société HENKEL à 50 g % en Matière Active		12 g MA
15	- Conservateur, parfum, colorant	q.s.	
	- Eau	q.s.p.	100 g

pH ajusté à 6 avec de l'acide chlorhydrique.

On obtient une composition légèrement opalescente.

20

**EXEMPLE N**: Stick déodorant

	- Composé de l'exemple 4		0,2 g
	- Hydroxyde de sodium		1 g
25	- Acide stéarique		5 g
	- Propylène glycol		50 g
	- 2,4,4'-trichloro 2 hydroxy diphenyléther vendu sous la dénomination "IRGASAN DP 300" par la Société CIBA-GEIGY		0,3 g
	- Eau	q.s.p.	100 g

30

35

**EXEMPLE Q**: Lotion de coiffage

5	- Copolymère vinylpyrrolidone-acétate de vinyle (65/35) vendu sous la dénomination "RESINE PVP/VA S 630 L" par la Société GAF		10 g
	- Composé de l'exemple 2		0,25 g
	- Poly(hydroxypropyléther) préparé par condensation en catalyse alcaline de 3,5 moles de glycidol sur un mélange d'alpha-diols ayant 10 à 14 carbones		0,1 g
	- Alcool éthylique		45,2 g
10	- Parfum, colorant, conservateur	q.s.	
	- Eau déminéralisée	q.s.p.	100 g

pH spontané à 4,9.

On obtient une solution opalescente.

**EXEMPLE P**: mousse de coiffage

On prépare une mousse de coiffage aérosol ayant la composition suivante :

20	- Copolymère hydroxyéthyl cellulose - chlorure de diallyl-diméthyl ammonium "CELQUAT LOR" par la Société NATIONAL STARCH		1 g
	- Composé de l'exemple 6		0,2 g
	- Alcool éthylique		17,3 g
25	- Octylphénol oxyéthyléné à 10 moles d'oxyde d'éthylène vendu sous la dénomination "SCUROL O" par la Société SFOS		0,2 g
	- Parfum, colorant, conservateur	q.s.	
	- Eau	q.s.p.	100 g

On introduit 90 g de la composition obtenue dans un boîtier aérosol sous tube plongeur. On procède à la fixation de la valve et à la fermeture hermétique du récipient, puis on introduit 10 g d'un mélange propulseur butane/isobutane/propane (0,32 MPa (3,2 bars)).

**EXEMPLE Q**

On prépare une composition réductrice de déformation permanente des cheveux en procédant au mélange des ingrédients suivants :

5 **Composition réductrice :**

	- Composé de l'exemple 2	0,25 g
	- Octyl phénol oxyéthyléné à 10 moles d'oxyde d'éthylène vendu sous la dénomination "SCUROL O" par la Société SFOS	2 g
10	- Eau déminéralisée chaude	60 g
	- Acide thioglycolique	9 g
	- Ammoniaque à 20 %	q.s. pH 8,2
	- Eau déminéralisée	q.s.p. 100 g

15

Cette composition est appliquée sur des cheveux mouillés préalablement enroulés sur des rouleaux. Après avoir laissé agir la composition 15 minutes, on rince abondamment à l'eau puis on applique la composition suivante :

20

**Composition oxydante :**

	- Eau oxygénée	1,5 g
	- Lauryléther sulfate de sodium oxyéthyléné avec 2 moles d'oxyde d'éthylène	3,75 g
25	- Acide citrique	0,5 g
	- Hydrogénophosphate de sodium	0,5 g
	- Parfum	0,3 g
	- Eau déminéralisée	q.s.p. 100 g

30

On laisse agir la composition oxydante pendant environ 15 minutes, puis on enlève les rouleaux et rince abondamment la chevelure à l'eau. Après séchage sous casque, les cheveux présentent de belles boucles.

35

**EXEMPLE R**

Selon le même mode de réalisation de l'exemple Q, on procède à une déformation permanente des cheveux à l'aide de la composition réductrice suivante :

5	- Composé de l'exemple 2		0,25 g
	- Octyl phénol oxyéthyléné à 10 moles d'oxyde d'éthylène vendu sous la dénomination "SCUROL O" par la Société SFOS		2 g
	- Eau déminéralisée chaude		20 g
10	- Thioglycolate de glycérol (70 % matière active dans le glycérol)		10 g
	- Triéthanolmaine	q.s.	pH 7
	- Eau déminéralisée	q.s.p.	100 g

La composition oxydante est la même que celle de l'exemple Q.

15

**EXEMPLE S : Crème de soin eau-dans-huile teintée**

	- Alkyldiméthicone copolyol vendu sous la dénomination "ABIL EM 90" par la Société GOLDSCHMIDT		5,00 g
	- Stéaralkonium hectorite		2,00 g
20	- Octyldodécanol		8,00 g
	- Décaméthylcyclopentasiloxane		20,00 g
	- Parfum	q.s.	
	- Conservateur	q.s.	
	- Glycérine		3,00 g
25	- Pigments		7,00 g
	- Composé de l'exemple 1		0,50 g
	- Chlorure de sodium		1,50 g
	- Eau déminéralisée	q.s.p.	100 g

30

35



**EXEMPLE T : Crème de soin eau-dans-huile teintée**

	- Silicate de magnésium et d'aluminium	0,50 g
	- Carboxyméthyl cellulose	0,15 g
	- Propylène glycol	5,00 g
5	- Conservateurs	q.s.
	- Composé de l'exemple 4	1,00 g
	- Alcool de lanoline	1,50 g
	- Stéarate de glycéryle	1,00 g
	- Acide stéarique	2,50 g
10	- Triéthanolamine	1,50 g
	- Triglycérides d'acide caprique/caprylique	6,00 g
	- Polyisobutène	10,00 g
	- Poudre de nylon	3,00 g
	- Pigments	10,00 g
15	- Eau déminéralisée	q.s.p. 100 g

**EXEMPLE U : Mascara**

	- Stéarate de triéthanolamine	15,00 g
20	- Paraffine	3,00 g
	- Cire d'abeille	8,00 g
	- Composé de l'exemple 1	0,50 g
	- Colophane	2,00 g
	- Ozokérite	10,00 g
25	- Conservateurs	q.s.
	- Gomme arabique	0,60 g
	- Hydrolysate de kératine	1,00 g
	- Pigments	6,00 g
	- Eau déminéralisée	q.s.p. 100 g
30		
35		

**EXEMPLE V: Base traitante pour ongle :**

	- Nitrocellulose	12,00 g
	- Résine toluène sulfonamide-formaldéhyde	9,00 g
	- Camphre	1,00 g
5	- Phtalate de dibutyle	6,05 g
	- Acétate de butyle	24,00 g
	- Acétate isopropylique	6,00 g
	- Stéaralkonium hectorite	1,00 g
10	- Composé de l'exemple 4	0,01 g
	- Acide citrique	0,02 g
	- Toluène	q.s.p. 100 g

**EXEMPLE W : Rouge à lèvres**

15	- Butylhydroxytoluène	0,20 g
	- Lanoline liquide	17,50 g
	- Cire microscristalline	15,00 g
	- Triglycérides d'acides caprique/caprylique	11,00 g
	- Béhénate d'oxtyl glycéryl	11,00 g
20	- Pigments	3,00 g
	- Mica titane	6,00 g
	- Parfum	0,50 g
	- Huile de ricin	q.s.p. -100 g

25

30

35

**EXEMPLE X : Rouge à lèvres**

5	- Parfum		0,50 g
	- Triglycérides d'acides caprique/caprylique		9,10 g
	- Huile de ricin		9,10 g
	- Butylhydroxytoluène		0,16 g
	- Lanoline liquide		12,70 g
10	- Lanoline isopropyle		4,50 g
	- Composé de l'exemple 1		0,50 g
	- Cire microcristalline		11,00 g
	- Copolymère acétate de vinyle/stéarate d'allyle (65/35)		4,50 g
	- Béhenate d'octyl glycéryle		9,10 g
15	- Pigments		9,00 g
	- Huile de sésame	q.s.p.	100 g

**EXEMPLE Y : Après-shampooing**

20	- Chlorure de distéaryl diméthyl ammonium		2,00 g
	- Composé de l'exemple 5		0,5 g
	- N-(hydroxyméthyl)-N-(1,3-dihydroxyméthyl-2,5-dioxo-4-imidazolidinyl)-N'-(hydroxyméthyl) urée		0,1 g
	- Eau	q.s.p.	100 g

pH spontané : 4

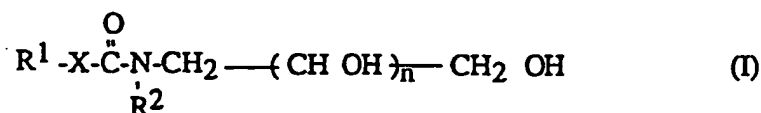
25

30

35

REVENDICATIONS

1. Utilisation dans des compositions cosmétiques d'un ou plusieurs  
 dérivés lipophiles des amino déoxyalditols répondant à la formule  
 générale :



dans laquelle :

- R<sup>1</sup> est un radical aliphatique linéaire saturé en C<sub>14</sub>-C<sub>40</sub>;
- R<sup>2</sup> est un atome d'hydrogène ou un radical alkyle linéaire en C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>;
- X est un atome d'oxygène ou un radical méthylène; et
- n est un entier de 1 à 5;

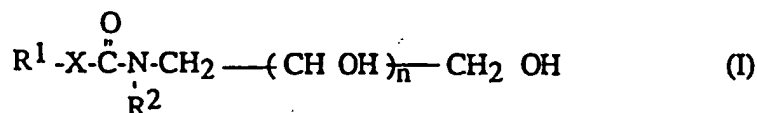
sous réserve que lorsque X est un radical méthylène, R<sup>1</sup> comporte de 21 à 39 atomes de carbone.

2. Utilisation selon la revendication 1, caractérisée par le fait que R<sup>1</sup> est un radical aliphatique linéaire saturé en C<sub>14</sub>-C<sub>32</sub> lorsque X représente un atome d'oxygène.

3. Utilisation selon la revendication 1, caractérisée par le fait que R<sup>1</sup> est un radical aliphatique linéaire en C<sub>21</sub>-C<sub>29</sub> et X est un radical méthylène.

4. Utilisation selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée par le fait que R<sup>2</sup> est un radical méthyle.

5. Composition cosmétique destinée au traitement cosmétique des matières kératiniques ou à l'hygiène bucco-dentaire, caractérisée par le fait qu'elle contient dans un milieu cosmétiquement acceptable au moins un dérivé lipophile d'amino déoxyalditol répondant à la formule générale :



dans laquelle

- $R^1$  est un radical aliphatique linéaire saturé en  $C_{14}-C_{40}$ ;
- $R^2$  est un atome d'hydrogène ou un radical alkyle linéaire en  $C_1-C_6$ ;
- X est un atome d'oxygène ou un radical méthylène; et
- n est un entier de 1 à 5,

sous réserve que lorsque X est un radical méthylène,  $R^1$  comporte de 21 à 39 atomes de carbone.

6. Composition selon la revendication 5, caractérisée par le fait que  $R^1$  est un radical aliphatique linéaire saturé en  $C_{14}-C_{32}$  et X est un atome d'oxygène.

7. Composition selon la revendication 5, caractérisée par le fait que  $R^1$  est un radical aliphatique linéaire saturé en  $C_{21}-C_{29}$  et X est un radical méthylène.

8. Composition selon l'une quelconque des revendications 5 à 7, caractérisée par le fait que  $R^2$  est un radical méthyle.

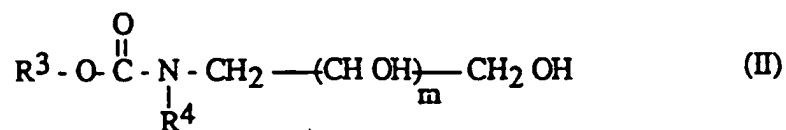
9. Composition selon l'une quelconque des revendications 5 à 8, caractérisée par le fait que le ou les dérivés de formule (I) sont présents en une concentration comprise entre 0,01 et 15 % en poids par rapport au poids total de la composition, et de préférence entre 0,1 et 10 %.

10. Composition selon l'une quelconque des revendications 5 à 9, contenant des adjuvants choisis parmi les huiles, les cires, les émulsionnants, les solvants, les épaississants, les hydratants, les adoucissants, les filtres solaires, les germicides, les colorants, les conservateurs, les parfums, les propulseurs et les agents séquestrants.

11. Composition selon l'une quelconque des revendications 5 à 10 se présentant sous la forme d'émulsion, de dispersion vésiculaire, de stick solide, de solution ou de dispersion aqueuse, de spray ou de mousse aérosol.

12. Composition selon l'une quelconque des revendications 5 à 10 se présentant sous la forme de lotion, de lait ou de crème pour les soins de la peau ou des cheveux, de lait démaquillant, de base de fond de teint, de lotion, de lait ou de crème antisolaires, de lotion, de lait ou de crème de bronzage artificiel, de crème ou de mousse de rasage, de lotion après rasage, de shampooing, d'après-shampooing ou de mascara.

13. Composé caractérisé en ce qu'il répond à la formule générale :



5

dans laquelle  $\text{R}^3$  est un radical aliphatique linéaire saturé en  $\text{C}_{22}\text{-C}_{40}$ , de préférence en  $\text{C}_{22}\text{-C}_{26}$ ,  $\text{R}^4$  est un atome d'hydrogène ou un radical alkyle linéaire en  $\text{C}_1\text{-C}_6$  et  $m$  est un entier de 1 à 5, de préférence égal à 4.

10

14. 1-[docosyl-oxycarbonyl-méthyl-amino]-1-déoxy-D-glucitol.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/FR 94/00402

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 5 C07C271/16 A61K7/025 A61K7/031 A61K7/032 A61K7/04  
A61K7/06 A61K7/08 A61K7/09 A61K7/13 A61K7/32  
A61K7/42 A61K7/48 A61K7/50 //C07C233/18

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 5 C07C C11D A61K

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	EP,A,0 285 768 (HÜLS AG) 12 October 1988 voir page 4, lignes 48-54; tableau; revendications	1,3-5, 7-12
Y	EP,A,0 220 676 (SÜDDEUTSCHE ZUCKER-AG) 6 May 1987 see page 4, line 7 - line 12; claims 1,3	1,3-5, 7-12
A	WO,A,92 05764 (THE PROCTOR & GAMBLE CO) 16 April 1992 cited in the application see claims; examples II-VI,VIII	1,4,5, 8-12
A	WO,A,92 13059 (THE PROCTOR & GAMBLE CO) 6 August 1992 see claims; examples VII-XI	1,5
	-/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

### \* Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- "a" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

23 June 1994

Date of mailing of the international search report

05.07.94

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+ 31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax: (+ 31-70) 340-3016

Authorized officer

Van Amsterdam, L

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No.

PCT/FR 94/00402

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US,A,2 808 402 (F.E. BOETTNER) see column 1, line 15 - line 37 -----	13



# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

International Application No

PCT/FR 94/00402

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP-A-0285768	12-10-88	DE-A- 3711776 JP-A- 63270534 US-A- 5009814	27-10-88 08-11-88 23-04-91
EP-A-0220676	06-05-87	DE-A- 3538451	07-05-87
WO-A-9205764	16-04-92	AU-A- 8854791 CA-A- 2092191 CN-A- 1061150 EP-A- 0550656 JP-T- 6501699 TR-A- 25506	28-04-92 29-03-92 20-05-92 14-07-93 24-02-94 01-05-93
WO-A-9213059	06-08-92	AU-A- 1200692 CN-A- 1065678 US-A- 5254281	27-08-92 28-10-92 19-10-93
US-A-2808402		NONE	

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Den. : Internationale No  
PCT/FR 94/00402

<b>A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE</b> CIB 5 C07C271/16 A61K7/025 A61K7/031 A61K7/032 A61K7/04 A61K7/06 A61K7/08 A61K7/09 A61K7/13 A61K7/32 A61K7/42 A61K7/48 A61K7/50 //C07C233/18					
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB					
<b>B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE</b> Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) CIB 5 C07C C11D A61K					
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche					
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés)					
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS</b>					
Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents				no. des revendications visées
Y	EP,A,0 285 768 (HULS AG) 12 Octobre 1988 voir page 4, lignes 48-54; tableau; revendications				1,3-5, 7-12
Y	EP,A,0 220 676 (SÜDDEUTSCHE ZUCKER-AG) 6 Mai 1987 voir page 4, ligne 7 - ligne 12; revendications 1,3				1,3-5, 7-12
A	WO,A,92 05764 (THE PROCTOR & GAMBLE CO) 16 Avril 1992 cité dans la demande voir revendications; exemples II-VI,VIII				1,4,5, 8-12
A	WO,A,92 13059 (THE PROCTOR & GAMBLE CO) 6 Août 1992 voir revendications; exemples VII-XI				1,5
-/-					
<input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents					
<input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe					
* Catégories spéciales de documents cités: "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée) "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier "&" document qui fait partie de la même famille de brevets					
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée  23 Juin 1994			Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale  05. 07. 94		
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tr. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016			Fonctionnaire autorisé  Van Amsterdam, L		

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Dem. Internationale No  
PCT/FR 94/00402

C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie *	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US,A,2 808 402 (F.E. BOETTNER) voir colonne 1, ligne 15 - ligne 37 -----	13

# INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Dem. Internationale No  
PCT/FR 94/00402

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP-A-0285768	12-10-88	DE-A- 3711776	27-10-88
		JP-A- 63270534	08-11-88
		US-A- 5009814	23-04-91
EP-A-0220676	06-05-87	DE-A- 3538451	07-05-87
WO-A-9205764	16-04-92	AU-A- 8854791	28-04-92
		CA-A- 2092191	29-03-92
		CN-A- 1061150	20-05-92
		EP-A- 0550656	14-07-93
		JP-T- 6501699	24-02-94
		TR-A- 25506	01-05-93
WO-A-9213059	06-08-92	AU-A- 1200692	27-08-92
		CN-A- 1065678	28-10-92
		US-A- 5254281	19-10-93
US-A-2808402		AUCUN	